

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-015698

(43)Date of publication of application : 18.01.2002

(51)Int.Cl.

H01J 49/04
G01N 27/62
H01J 49/10
// G01N 30/72

(21)Application number : 2000-198226

(71)Applicant : JEOL LTD

(22)Date of filing : 30.06.2000

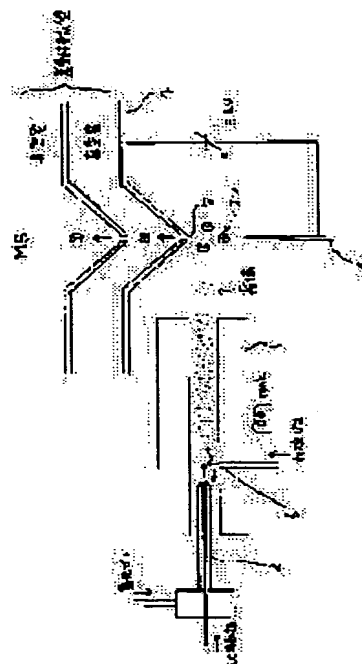
(72)Inventor : KOBAYASHI TATSUJI

(54) ATMOSPHERIC CHEMICAL IONIZING ION SOURCE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an atmospheric chemical ionizing ion source by which sprayed sample droplets can be dried (solvent removal) with good efficiency even when the pass of a cylindrical heater is not elongated.

SOLUTION: A spray nozzle for spraying a liquid sample is arranged in a spraying chamber building in a heating means, and dry gas is blow against droplets of the liquid sample sprayed from the tip of the spray nozzle.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.04.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-15698

(P2002-15698A)

(43) 公開日 平成14年1月18日 (2002.1.18)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マコード(参考) |
|----------------------------|------|---------------|------------|
| H 0 1 J 49/04 | | H 0 1 J 49/04 | 5 C 0 3 8 |
| G 0 1 N 27/62 | | G 0 1 N 27/62 | F |
| | | | X |
| H 0 1 J 49/10 | | H 0 1 J 49/10 | |
| // G 0 1 N 30/72 | | G 0 1 N 30/72 | A |
| 審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全 5 頁) | | | |

(21) 出願番号 特願2000-198226(P2000-198226)

(22) 出願日 平成12年6月30日(2000.6.30)

(71) 出願人 000004271

日本電子株式会社

東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号

(72) 発明者 小林達次

東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号 日本

電子株式会社内

Fターム(参考) 5C038 EED2 EF04 EF26 GC08 GH05

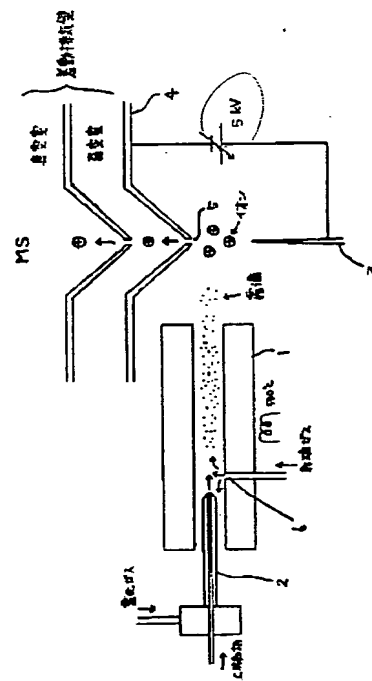
GH08

(54) 【発明の名称】 大気圧化学イオン化イオン源

(57) 【要約】

【課題】筒状ヒーターのバスを長く取らなくても、霧化した試料液滴を効率良く乾燥(脱溶媒化)させることのできる大気圧化学イオン化イオン源を提供する。

【解決手段】加熱手段を内蔵した霧化室内に、液体試料を霧化するための霧化ノズルを配置すると共に、該霧化ノズルの先端部から噴出される液体試料の霧滴に対して、乾燥ガスを吹き付けるようにした。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】加熱手段を内蔵した霧化室内に、液体試料を霧化するための霧化ノズルを配置すると共に、該霧化ノズルの先端部から噴出される液体試料の霧滴に対して、乾燥ガスを吹き付けるようにしたことを特徴とする大気圧化学イオン化イオン源。

【請求項 2】前記加熱手段を内蔵した霧化室は、筒状をしたヒーターであることを特徴とする請求項 1 記載の大気圧化学イオン化イオン源。

【請求項 3】前記乾燥ガスの吹き出し口は、霧化ノズル先端部の近傍に開口していることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の大気圧化学イオン化イオン源。

【請求項 4】前記乾燥ガスは、加熱手段により予め加熱されていることを特徴とする請求項 1、2、または 3 記載の大気圧化学イオン化イオン源。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、質量分析法で用いられる大気圧化学イオン化イオン源に関し、特に、霧化した試料液滴を、効率良く乾燥（脱溶媒化）させることのできる大気圧化学イオン化イオン源に関する。

【0002】

【従来の技術】クロマトグラフ装置と質量分析装置を結合させたクロマトグラフ／質量分析装置では、クロマトグラフ部で分離された成分をイオン化して質量分析部に与えるインターフェイスが必要である。このインターフェイスとして、液体クロマトグラフ／質量分析装置では、エレクトロスプレー・イオン源や大気圧化学イオン化イオン源などの大気圧イオン化イオン源が使用されている。

【0003】エレクトロスプレー・イオン源では、液体試料を細いノズルの先端に送り、そのノズルの先端に高電圧を印加する。これにより、ノズル先端には強い不平等電界が形成され、この強い電界により液体試料が帯電液滴として噴霧され、更に、液滴内でのイオンのクーロン反発により液滴の分裂が進行して、イオン化が行なわれる。一方、大気圧化学イオン化イオン源では、ネブライザー（霧化器）においてガス流により液体試料を強制噴霧し、これを加熱することにより液滴の乾燥（脱溶媒化）を行なった後、コロナ放電により生成したバッファイオンと衝突させて試料のイオン化（化学イオン化）を行なう。

【0004】エレクトロスプレー・イオン源は高極性イオンに適したインターフェイスであり、一方、大気圧化学イオン化イオン源は中～低極性のイオンに適したインターフェイスであるというように、両者は相補的な関係にある。液体クロマトグラフ／質量分析装置が対象とする化合物は非常に多岐にわたるため、或る試料についてはエレクトロスプレー・イオン源を使用し、他の試料については大気圧化学イオン化イオン源を使用するという

ように、両者を使い分ける必要がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところで、大気圧化学イオン化イオン源を使用するに当たって大切なことは、液体クロマトグラフ装置などから送られてくる液体試料を液滴として大気中に分散させた後、その液滴に含まれる溶媒分子をいかに効率良く取り去って試料のイオン化を達成するか、ということである。

【0006】図 1 は、従来の大気圧化学イオン化イオン源を示したものである。図中 1 は霧化室を兼ねた筒状ヒーターである。筒状ヒーター 1 を予め 400～500℃ に加熱しておき、図示しない液体クロマトグラフ装置からの試料を含んだ移動相を、ヒーター穴に対してほぼ同心・同軸状に設置された霧化ノズル 2 の先端部から、窒素ガスなどの霧化ガスと共に勢い良く送り出して霧化させる。霧化された試料液滴（移動相）は、加熱されたヒーター穴を通過するうちに、筒状ヒーター 1 の内壁から輻射熱をもらい、徐々に乾燥（脱溶媒化）されていく。そして、霧化ガスの流れに乗って下流に向けて押し流され、筒状ヒーター 1 の内壁面には直接衝突することなく、質量分析計の近傍まで運ばれる。

【0007】筒状ヒーター 1 の軸線と、針状電極 3 と質量分析装置の対向電極 4 上に設けられたサンプリング・オリフィス 5 とを結ぶ軸線とは、互いに 90° に直交している。針状電極 3 と対向電極 4 の間には 5 kV 程度の電位差が設けられ、両電極間にはコロナ放電が発生している。このコロナ放電によって励起されたガス分子は、バッファイオンとして働き、筒状ヒーター 1 で乾燥（脱溶媒化）された試料液滴と衝突する際に、試料のイオン化（化学イオン化）が行なわれる。そして、生成した試料イオンは、針状電極 3 と対向電極 4 の間に発生する電界の作用と、質量分析装置の真空室と外界の間の真空差圧とにより、サンプリング・オリフィス 5 から質量分析計の真空室内に向けて吸い込まれる。

【0008】このような構成において、従来の大気圧化学イオン化イオン源の問題点は、霧化ノズル 2 から噴出する試料液滴を良く乾燥（脱溶媒化）させるためには、筒状ヒーター 1 からの輻射熱を受け取るための十分に長いパスが必要であり、短いパスでは霧化された液滴の乾燥（脱溶媒化）が完全には行なえなかったことである。その結果、液滴の乾燥（脱溶媒化）が不十分のまま、試料液滴が質量分析計に導入されてしまい、質量分析計内でイオンビームが安定しづらいという問題が起きていた。

【0009】また、乾燥（脱溶媒化）のためのパスを長く取ると、それだけ筒状ヒーター 1 の長さが長くなり、大気圧化学イオン化イオン源が大型化してしまうという問題があった。また、パスが長いと、試料成分が拡散して感度が低くなったり、試料成分の熱分解の可能性が高くなったりするという問題があった。

【0010】更に、ヒーター穴の内部に、ヒーター穴の出口方向に向けてガスの定常的な流れができ、筒状ヒーター1と霧化ノズル2の隙間から外界のバックグラウンド成分をヒーター穴の内部に引き込んで、マッススペクトル上にバックグラウンドピークが出やすくなったりするといった問題もあった。

【0011】本発明の目的は、上述した点に鑑み、筒状ヒーター1のパスを長く取らなくても、霧化した試料液滴を効率良く乾燥(脱溶媒化)させることのできる大気圧化学イオン化イオン源を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため、本発明にかかる大気圧化学イオン化イオン源は、加熱手段を内蔵した霧化室内に、液体試料を霧化するための霧化ノズルを配置すると共に、該霧化ノズルの先端部から噴出される液体試料の霧滴に対して、乾燥ガスを吹き付けるようにしたことを特徴としている。

【0013】また、前記加熱手段を内蔵した霧化室は、筒状をしたヒーターであることを特徴としている。

【0014】また、前記乾燥ガスの吹き出し口は、霧化ノズル先端部の近傍に開口していることを特徴としている。

【0015】また、前記乾燥ガスは、加熱手段により予め加熱されていることを特徴としている。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して、本発明の実施の形態を説明する。図2は、本発明にかかる大気圧化学イオン化イオン源の一実施例を示したものである。図中1は霧化室を兼ねた筒状ヒーターである。筒状ヒーター1を予め400～500℃に加熱しておき、図示しない液体クロマトグラフ装置からの試料を含んだ移動相を、ヒーター穴に対してほぼ同心・同軸状に設置された霧化ノズル2の先端部から、窒素ガスなどの霧化ガスと共に勢い良く送り出して霧化させる。霧化された試料液滴(移動相)は、加熱されたヒーター穴を通過するうちに、筒状ヒーター1の内壁から輻射熱をもらい、徐々に乾燥(脱溶媒化)されていく。そして、霧化ガスの流れに乗って下流に向けて押し流され、筒状ヒーター1の内壁面には直接衝突することなく、質量分析計の近傍まで運ばれる。

【0017】霧化ノズル2の近傍の筒状ヒーター1の内壁には、窒素ガスなどの乾燥ガスをヒーター穴に供給するための乾燥ガスノズル6が開口している。そして、予めヒーターなどの加熱手段により加熱された乾燥ガスが、霧化ノズル2の噴出方向とほぼ垂直な方向から、霧化された試料液滴に対して吹き付けられる。その結果、試料液滴を含む音速に近い霧化ガスと、それに対して垂直方向から吹き付けられる加熱された乾燥ガスとが、ヒーター穴の内部で激しくぶつかりあい、試料液滴の乾燥(脱溶媒化)が一気に進行する。また、乾燥ガスの導入

により、ヒーター穴の内部は多少加圧雰囲気になっているので、筒状ヒーター1と霧化ノズル2の隙間から外界のバックグラウンド成分をヒーター穴の内部に引き込んで、マッススペクトル上にバックグラウンドピークが出るといった問題はほとんど発生しない。

【0018】筒状ヒーター1の軸線と、針状電極3と質量分析装置の対向電極4上に設けられたサンプリング・オリフィス5とを結ぶ軸線とは、互いに90°に直交している。針状電極3と対向電極4の間には5kV程度の電位差が設けられ、両電極間にはコロナ放電が発生している。このコロナ放電によって励起されたガス分子は、バッファイオンとして働き、筒状ヒーター1で乾燥(脱溶媒化)された試料液滴と衝突する際に、試料のイオン化(化学イオン化)が行なわれる。そして、生成した試料イオンは、針状電極3と対向電極4の間に発生する電界の作用と、質量分析装置の真空室と外界の間の真空差圧とにより、サンプリング・オリフィス5から質量分析計の真空室内に向けて吸い込まれる。

【0019】尚、上記実施例では、乾燥ガスの吹きつけ方向は、霧化ノズル2の噴出方向に対してほぼ垂直になるように設定したが、これは、必ずしも垂直に限定されるものではない。また、上記実施例では、霧化ノズル2の位置は、乾燥ガスノズル6の位置に対して固定されていたが、霧化ノズル2の位置は、乾燥ガスノズル6の位置に対して微調整できるものであっても良い。また、乾燥ガスノズル6は必ずしも細くなくても良い。また、霧化ノズル2の方向は、サンプリング・オリフィス5に対して、必ずしも垂直である必要はない。また、筒状ヒーター1における霧化ノズル2の挿入口は、必ずしも図2に示すような開放状態である必要はなく、図3に示すように、閉じられていても良い。また、筒状ヒーター1の内面形状は、必ずしも円形である必要はなく、たとえば多面体等でも良く、更に、一部が切り取られて開放されていても良い。

【0020】

【発明の効果】以上述べたごとく、本発明にかかる大気圧化学イオン化イオン源は、霧化室を兼ねた筒状ヒーター1の内側に、液体試料を霧化するための霧化ノズル2を配置すると共に、該霧化ノズル2の先端部から噴出される液体試料の霧滴に対して、加熱された乾燥ガスを乾燥ガスノズル6から強く吹き付けるようにしたので、霧化ガスと乾燥ガスがヒーター穴の中で激しくぶつかりあい、試料液滴の乾燥(脱溶媒化)の効率が格段に向上し、筒状ヒーター1のパスを従来の1/3以下に短くしても、むらなく試料液滴を乾燥(脱溶媒化)させることが可能になった。また、乾燥(脱溶媒化)の効率が高分、筒状ヒーターの温度を低く設定できるようになり、試料イオンの熱分解の可能性を最小限度に抑制することが可能になった。また、パスが短くなったので、試料の拡散を低く抑えることができ、効率良く高感度で質量分

析装置内に試料イオンを引き入れることが可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の大気圧化学イオン化イオン源を示す図である。

【図2】本発明にかかる大気圧化学イオン化イオン源の一実施例を示す図である。

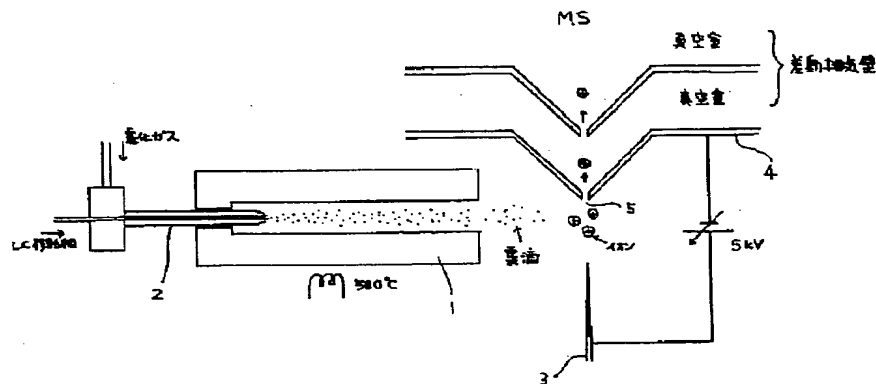
*

*【図3】本発明にかかる大気圧化学イオン化イオン源の別の実施例を示す図である。

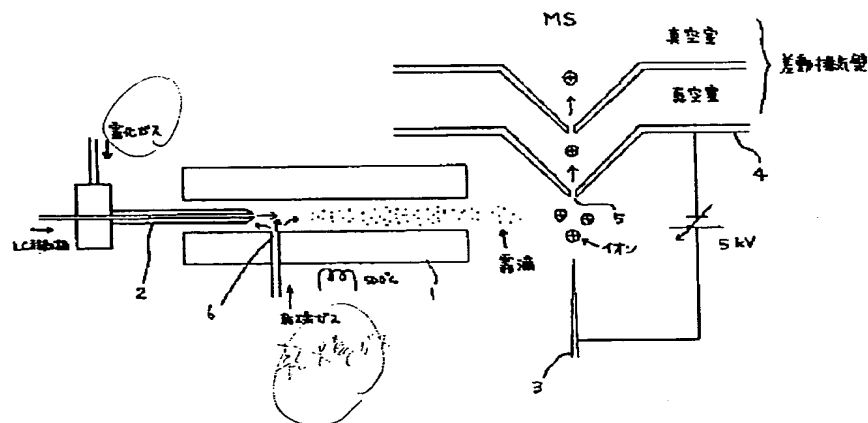
【符号の説明】

1…筒状ヒーター、2…霧化ノズル、3…針状電極、4…対向電極、5…サンプリング・オリフィス、6…乾燥ガスノズル。

【図1】



【図2】



【図3】

